

541 629

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2004 年 7 月 29 日 (29.07.2004)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2004/062771 A1

(51) 国際特許分類: B01D 43/00, C02F 1/28

(21) 国際出願番号: PCT/JP2003/016445

(22) 国際出願日: 2003 年 12 月 22 日 (22.12.2003)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願2003-3151 2003 年 1 月 9 日 (09.01.2003) JP(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 三菱
レイヨン株式会社 (MITSUBISHI RAYON CO., LTD.)
[JP/JP]; 〒108-8506 東京都港区港南一丁目 6 番 4 1 号
Tokyo (JP).

(72) 発明者: および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 馬渡 朋彦

(MAWATARI, Tomohiko) [JP/JP]; 〒739-0693 広島
県 大竹市 御幸町 2 0 番 1 号 三菱レイヨン株
式会社大竹事業所内 Hiroshima (JP). 杉山 美栄治
(SUGIYAMA, Mieji) [JP/JP]; 〒739-0693 広島県 大竹市
御幸町 2 0 番 1 号 三菱レイヨン株式会社大竹事業所
内 Hiroshima (JP). 谷口 芳行 (TANIGUCHI, Yoshiyuki)
[JP/JP]; 〒739-0693 広島県 大竹市 御幸町 2 0 番 1 号
三菱レイヨン株式会社大竹事業所内 Hiroshima (JP).(74) 代理人: 宮崎 昭夫, 外 (MIYAZAKI, Teruo et al.); 〒
107-0052 東京都港区赤坂 1 丁目 9 番 2 0 号 第 1 6 興
和ビル 8 階 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (国内): CN, KR, SG, US.

添付公開書類:
— 国際調査報告書2 文字コード及び他の略語については、定期発行される
各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語
のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: METHOD OF REMOVING TACKY SUBSTANCE OR WASTE LIQUID CONTAINING TACKY SUBSTANCE

(54) 発明の名称: 粘着性物質または粘着性物質を含む廃液の除去方法

(57) Abstract: A method of removing either a tacky substance or a waste liquid containing a tacky substance, characterized by mixing a combustible, liquid-absorbing solid substance with the tacky substance or waste liquid containing a tacky substance, stirring the mixture to thereby cause the solid substance to absorb a liquid component of either the tacky substance or the waste liquid containing a tacky substance and simultaneously intertwine the solid substance with the tacky substance, and then removing the tacky substance together with the solid substance.

(57) 要約: 粘着性物質または粘着性物質を含む廃液に、可燃性且つ吸液性を持つ固体物質を混ぜ込み、これをかき混ぜることにより粘着性物質または粘着性物質を含む廃液の液成分を該固体物質に吸収させると共に、該固体物質に粘着性物質を絡め、その後該固体物質と共に除去することを特徴とする粘着性物質または粘着性物質を含む廃液の除去方法。

WO 2004/062771 A1

明細書

粘着性物質または粘着性物質を含む廃液の除去方法

技術分野

- 5 本発明は、例えば、石油化学プロセスの反応工程で副生する粘着性物質を含む廃液や、易重合性物質を製造、貯蔵する過程で生じる一部重合物（粘着性物質）を含む液体（廃液）等を容易に除去する方法に関する。

背景技術

- 10 石油化学プロセスの反応工程等においては粘着性物質が副生し、これを含む廃液は、その粘着性故に除去が著しく困難であり、通常、溶剤等で溶解させるなどの方法で除去する。また、易重合性物質を製造、貯蔵する過程では一部重合物が生じ、この一部重合物（粘着性物質）を含むプロセス液体も廃液として、通常、溶剤等で溶解させるなどの方法で除去する（特開 2000-290225 号公報
15 参照）。なお、ある程度低い粘度であれば、溶剤等を用いることなく、それら廃液をそのままポンプ等により焼却炉に供給し、燃焼させ、廃熱から蒸気を回収するなどの施策により、経済的且つ効率的に処理が出来る場合もある。

- しかしながら、粘度がある程度高い場合は、一般に、廃液の量に比べて多量の溶剤が必要である。したがって、溶剤そのものにかかる費用や、溶剤の持つ揮発
20 性や有害性による作業環境の悪化がしばしば問題となる。また、溶解後の大量の溶剤を回収して焼却処理することは、エネルギーの無駄遣いであることは明白である。また特に、（メタ）アクリル酸メチルや（メタ）アクリル酸を製造する設備で生じる重合物を含むプロセス液体の中には、粘性が高く且つ固形分に近い反応副生物等を含む場合もあり、溶剤等に溶解させることが難しい物も少なくない。
25 そのようなプロセス流体は、ポンプによる揚液が不能な場合がある。

本願明細書において、（メタ）アクリル酸とはアクリル酸とメタクリル酸の総称である。また、（メタ）アクリル酸メチルとはアクリル酸メチルとメタクリル酸メチルの総称である。

このような粘着性物質を含む液体を容器等から除去するのには、溶剤等を用い

る従来の方法では、費用、作業環境、省エネルギーの点で不利であり、完全に除去することも難しい。

発明の開示

- 5 本発明の目的は、従来困難であった粘着性物質または粘着性物質を含む廃液を容器等から除去する場合に、その除去作業を容易にし、その後の焼却処理も安価に容易に実施できる方法を提供することにある。

本発明は、粘着性物質または粘着性物質を含む廃液に、可燃性且つ吸液性を持つ固体物質を混ぜ込み、これをかき混ぜることにより粘着性物質または粘着性物質を含む廃液の液成分を該固体物質に吸収させると共に、該固体物質に粘着性物質を絡め、その後該固体物質と共に除去することを特徴とする粘着性物質または粘着性物質を含む廃液の除去方法である。

本発明においては、そのような固体物質に液成分を吸収させ、かつ粘着性物質を絡めるので、かき混ぜ後はあたかも固形物として取り扱うことができ、例えばスコップ等で効率良く且つほとんど完全に容器等から除去でき、袋詰が容易である。また、容器等から除去した後の固体物質に粘着性物質を絡め取ったものは、例えば、燃焼炉等に投入することにより全て焼却可能である。したがって、砂などの不燃物を使用する場合に比べ遙かに有利であり、溶剤を使用する場合に比べて作業環境および省エネルギーの点で有利である。

20

発明を実施するための最良の形態

本発明においては、各種の製造設備および貯蔵設備のメンテナンスもしくはクリーニングにおいて、粘着性物質または粘着性物質を含む廃液を容器等から除去するにあたり、可燃性且つ吸液性を持つ固体物質を利用する。

25 ここで、粘着性物質または粘着性物質を含む廃液とは、石油化学プロセスの反応工程等で副生する粘着性物質またはその粘着性物質を含む廃液のみならず、例えば、易重合性物質を製造、蒸留、精製、または、貯蔵する過程で生じる一部重合物またはその一部重合物を含むプロセス液体等をも含む意味である。本発明の方法は、特に（メタ）アクリル酸メチルおよび／または（メタ）アクリル酸を製

造する設備から排出される一部重合物または一部重合物を含むプロセス液体等を廃液として除去する場合に非常に有用である。

可燃性且つ吸液性を持つ固体物質は、特に限定されないが、材質が安価で、有害性がなく、入手し易く、日常的に存在しうる物質を用いることが好ましい。また、その形状は、粒状、フレーク状、繊維状、粉末、チップ状、ひも状、糸状、麺状などが良い。具体的には、木材の破砕状物質（鋸屑など）が、安価で入手し易く、有害性も無いので好ましい。ただし、木材の破砕状物質以外にも、例えば紙材の裁断状物質（シュレッダー屑など）等も可燃性且つ吸液性を持つ固体物質として使用可能である。

10 廃液を貯蔵する容器のメンテナンスもしくはクリーニングにおいては、例えばまず容器からヘッド圧で排出できる程度の比較的粘着性の小さい液を、排出口から排出して別の容器で受ける。この別の容器に排出した粘着性の小さい液に、可燃性且つ吸液性を持つ固体物質を加える。そして、スコップ、攪拌棒、攪拌機などでかき混ぜる。こうすることで、この固体物質が液成分を吸収し、且つ粘着性物質が固体物質に絡まることで粘着性が低下し、固形物同様に扱えるようになる。固形物同様に扱えるようになった粘着性物質は、例えばスコップ等で袋詰すればよい。

比較的粘着性の小さい液を取り除いた後の廃液を貯蔵する為の容器内には、通常は、比較的粘着性の高い液が残る。このような容器の底に残る残渣については、例えば、容器内に可燃性且つ吸液性を持つ固体物質を撒布して、スコップ等にかき混ぜ、同じように袋詰して容器等の外に排出すればよい。

こうして、容器の外に除去された袋詰の各廃液は、そのまま焼却可能である。わずかに容器内に残った粘着性物質は、ウエス等で容易に拭き取れる。

なお、本発明において可燃性且つ吸液性を持つ固体物質の使用量は特に制限されず、固形物と同様の取り扱いが可能となる程度に、液成分を十分吸収し、且つ粘着性を低下できる量を用いればよい。

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、これは一例を示すものであって、本発明を何ら制限するものではない。

＜実施例＞

アセトンシアンヒドリンと硫酸からメタクリルアミド硫酸塩を生成し、これに水とメタノールを反応させてメタクリル酸メチルとメタクリル酸を連続的に合成するプロセスの反応廃液を貯蔵するタンクのクリーニングを、以下の通り実施した。

まず、タンク残液の大部分を排出したところ、メタクリル酸を主成分とする粘着性の重合体を含む液残渣が残った。タンク排出口からヘッド圧で排出できる程度の粘着性の小さい重合体を含む排出液は、排出口にてタライで受け、これに木材からなる破砕状物質（いわゆる鋸屑）を撒いてスコップでかき混ぜた。この木材からなる破砕状物質が液成分を吸収し、メタクリル酸を主成分とする粘着性の重合体が木材からなる破砕状物質に絡み、ほぼ固形物の様にスコップでの取り扱いが容易になったところで、これをビニル袋に詰めた。こうして、排出口から排出された廃液については、完全に袋詰ができた。

一方、タンク排出口からの排出が困難な粘着性の大きいメタクリル酸を主成分とする重合体はタンク底に残った。ここで、タンク内に木材からなる破砕状物質（いわゆる鋸屑）をばら撒いてスコップでかき混ぜ、同じように袋詰して外に出した。袋詰した粘着性の重合体は、袋に孔があいても液として漏れ出して来ることはなかった。

さらに、タンク内底および壁面に付着しているわずかな量の粘着性の重合体はウエスで拭き取り、タンク内はほぼ完全にクリーニングできた。こうして、タンクの外に出した袋詰の粘着性の重合体および重合体を含む廃液は、固形物燃焼が可能な燃焼炉に投入して、全て焼却処理できた。

また、上述の袋詰作業においては、重合体がゴム手袋に付着して汚れたが、これについても木材からなる破砕状物質（いわゆる鋸屑）を一握りして両手を擦り合わせることで、重合体が木材からなる破砕状物質にからみ、容易に手袋をきれいにする事ができた。

なお、本実施例で使用した木材からなる破砕状物質（いわゆる鋸屑）は、製材所から安価に入手したものであり、その大きさは一般的に入手可能な大きさの物である。

＜比較例＞

実施例と同様のタンクのクリーニングにおいて、可燃性且つ吸液性を持つ固体物質は用いずに、以下の通り実施した。

まず、実施例と同様に廃液の大部分を排出した。ここで、タンクからヘッド圧
5 で排出できる程度の粘着性の小さい重合物を含む液を、排出口にてタライに受け袋詰しようとしたが、スコップでは掬える量が少ないという問題があるため、排出口にてビニル袋で受ける方法にした。その結果、排出口での液だれが著しく、作業
者、袋外面に粘着性の重合物が付着して汚れるという問題が生じた。また、ビニル袋に孔があいた際に粘着性の液が漏れ出すという問題も生じた。

10 一方、タンク底に残った粘着性の大きいメタクリル酸を主成分とする重合物については、タンク内にてスコップで袋詰を試みたが、重合物の粘着性故に作業者の衣服を汚し、袋詰作業もはかどらず途中で中止する結果となり、重合物を完全に除去することができなかった。

また、袋詰した重合物を含む廃液は、固形物燃焼が可能な燃焼炉に投入する際
15 に、袋を傷つけないように配慮する必要があり、投入作業の効率が著しく低下した。さらに、袋詰作業において重合物がゴム手袋に付着して汚れたが、これをウエスで拭き取ろうとしても完全に拭き取れなかった。

以上説明したように、本発明によれば、従来困難であった粘着性物質または粘着性物質を含む廃液を容器等から除去する場合に、その除去作業を容易にし、
20 その後の焼却処理も安価に容易に実施できる方法を提供することができる。

請求の範囲

1. 粘着性物質または粘着性物質を含む廃液に、可燃性且つ吸液性を持つ固体物質を混ぜ込み、これをかき混ぜることにより粘着性物質または粘着性物質を含む廃液の液成分を該固体物質に吸収させると共に、該固体物質に粘着性物質を絡め、その後該固体物質と共に除去することを特徴とする粘着性物質または粘着性物質を含む廃液の除去方法。
2. 粘着性物質または粘着性物質を含む廃液の液成分を固体物質に吸収させると共に、該固体物質に粘着性物質を絡めることにより、粘着性が低下し、固形物同様に扱えるようになる請求項 1 記載の方法。
3. 固形物同様に扱えるようになったものを袋詰する請求項 2 記載の方法。
4. 袋詰したものを焼却する請求項 3 記載の方法。
5. 粘着性物質または粘着性物質を含む廃液は、易重合性物質を製造、蒸留、精製、または、貯蔵する過程で生じる一部重合物または一部重合物を含む液体である請求項 1 記載の方法。
6. 粘着性物質または粘着性物質を含む廃液は、メタクリル酸メチルおよび／またはメタクリル酸を製造する設備から排出される一部重合物または一部重合物を含む液体である請求項 1 記載の方法。
7. 粘着性物質または粘着性物質を含む廃液は、石油化学プロセスの反応工程で副生したものである請求項 1 記載の方法。
8. 可燃性且つ吸液性を持つ固体物質の形状は、粒状、フレーク状、繊維状、粉末、チップ状、ひも状、糸状または麺状である請求項 1 記載の方法。
9. 可燃性且つ吸液性を持つ固体物質が、木材からなる破砕状物質である請求項 1 記載の方法。
10. 可燃性且つ吸液性を持つ固体物質が、紙材の裁断状物質である請求項 1 記載の方法。
11. 粘着性物質または粘着性物質を含む廃液を貯蔵する容器から比較的粘着性の小さい液を排出口から排出して別の容器に入れ、この別の容器に排出した粘着性の小さい液に、可燃性且つ吸液性を持つ固体物質を混ぜ込み、これをかき混ぜる請求項 1 記載の方法。

1 2. 比較的粘着性の小さい液を排出した後の容器内の比較的粘着性の高い残渣に、可燃性且つ吸液性を持つ固体物質を混ぜ込み、これをかき混ぜる請求項 1 1 記載の方法。

5 1 3. 製造設備または貯蔵設備のメンテナンスもしくはクリーニングの為に
行う請求項 1 記載の方法。

1 4. メタクリル酸メチルとメタクリル酸を連続的に合成するプロセスの
反応廃液を貯蔵するタンクのクリーニングの為に
行う請求項 1 3 記載の方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/16445

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ B01D43/00, C02F1/28

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl⁷ B01D43/00, C02F1/28

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
DIALOG (WPI/L)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|-----------|---|-----------------------|
| A | JP 7-214071 A (Sanwa Yuka Kogyo Kabushiki Kaisha), 15 August, 1995 (15.08.95), (Family: none) | 1-14 |
| A | JP 6-15117 A (Tokyo Seimitsu Hatsujo Kabushiki Kaisha), 25 January, 1994 (25.01.94), (Family: none) | 1-14 |

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier document but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
23 March, 2004 (23.03.04)

Date of mailing of the international search report
06 April, 2004 (06.04.04)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ B01D43/00, C02F1/28

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ B01D43/00, C02F1/28

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996

日本国公開実用新案公報 1971-2004

日本国登録実用新案公報 1994-2004

日本国実用新案登録公報 1996-2004

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

DIALOG (WPI/L)

C. 関連すると認められる文献

| 引用文献の カテゴリー* | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する 請求の範囲の番号 |
|-----------------|--|------------------|
| A | JP 7-214071 A (三和油化工業株式会社) 1995. 08. 15 (ファミリーなし) | 1-14 |
| A | JP 6-15117 A (東京精密発条株式会社) 1994. 0 1. 25 (ファミリーなし) | 1-14 |

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

23. 03. 2004

国際調査報告の発送日

06. 4. 2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

豊永 茂弘

4Q

8418

電話番号 03-3581-1101 内線 3466